

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : **06-101634A**

(43)Date of publication of application : **12.04.1994**

(51)Int.Cl.

**F04B 21/02**

**F04B 13/00**

(21)Application number : **04-247603**

(71)Applicant : **HITACHI LTD**

(22)Date of filing : **17.09.1992**

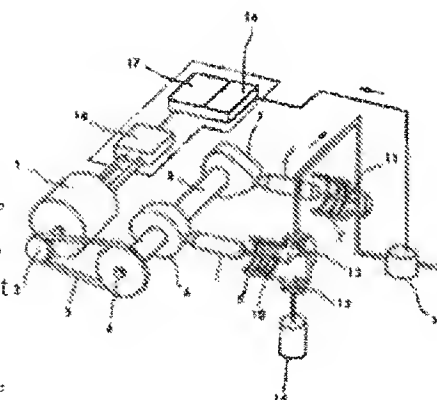
(72)Inventor : **ONUMA SADAFUMI  
TAKADA YOSHITADA  
YASUDA KENJI**

**(54) RECIPROCATIVE LIQUID FEED DEVICE**

(57)Abstract:

**PURPOSE:** To feed a solvent in the constant-flow state with little pressure ripple regardless of the viscosity coefficient of the solvent by setting the number of combinations of check valves arranged on the suction side and discharge side of the solvent to three sets or above basically.

**CONSTITUTION:** A cam shaft 5 and first and second cams 6, 7 are rotated by a pulse motor 1 via a pulley 2, a timing belt 3, and a pulley 4. The first and second plungers 10, 11 of the first and second cylinders 8, 9 are reciprocated. Check valves 12, 13 on the suction side and discharge side are opened or closed, and a solvent is forcefully fed into a pressure sensor 15. The information of the pressure sensor 15 is inputted to a control circuit 17 via a signal processing circuit 16, and a pulse driving circuit 18 is controlled. The number of combinations of the check valves 12, 13 is set to three sets or above. The diameter of a check ball is set within the range of 1.5-5mm. The check valve is integrally constituted of a valve element, a valve seat, and the check ball.



# Detailed Description of the Invention:

[0018] Figure 4 is a detailed view of the first cylinder portion shown in Figure 1. A pump head 21 is mounted with an inlet valve pair 22 and a discharge valve pair 25. A pump seal 27 is located in the back of the pump head 21. In a plate 28, a bearing 29 of the first plunger 10 is prevented from being fallen out by a stop ring 30 and is inserted into the pump head 21. Here, a combination of the inlet valve pair 22, which is obtained by inserting two check valves 24 into an intake valve holder 23, and the discharge valve pair 25, which is obtained by inserting two check valves 24 into a discharge valve holder 26, is used. Figure 5 shows a conventional check valve having a structure in which a single check ball 37 is put in a check ball chamber 36 of a valve body 35, each of which can be separated, and a valve seat 38 and a check ball 37 are used to open or close the flow of a solvent.

75

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-101634

(43)公開日 平成6年(1994)4月12日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

F 0 4 B 21/02  
13/00

識別記号

庁内整理番号

B 2125-3H  
A 2125-3H

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3(全 7 頁)

(21)出願番号 特願平4-247603

(22)出願日 平成4年(1992)9月17日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所  
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 大沼 定文

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立  
製作所計測器事業部内

(72)発明者 高田 芳矩

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立  
製作所計測器事業部内

(72)発明者 保田 健二

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立  
製作所計測器事業部内

(74)代理人 弁理士 小川 勝男

(54)【発明の名称】 往復送液装置

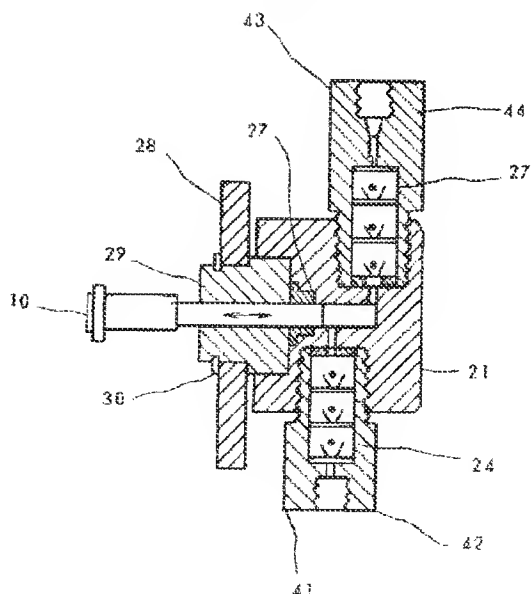
(57)【要約】

【目的】本発明の目的は、一定流量を送液する往復送液装置を提供することにある。

【構成】液体を送液する往復送液装置において、図6に示すように吸入側や吐出側のチェック弁の組合せ数を3組以上とした。

【効果】本発明によれば、溶媒を送液するとき、溶媒の粘性率に関係なく、圧力リップルが少なく、一定流量で送液できる。

図 6



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 液の吸入側と吐出側にボール式チェック弁（以下チェック弁とする）を設け液体を送液する往復送液装置において、吸入側又は吐出側のチェック弁の組合せ数を3組以上にしたことを特徴とする往復送液装置。

【請求項2】 請求項1において、弁座と接するチェックボールの直径は1.5mm〜5mmまでの範囲に適用することを特徴とする往復送液装置。

【請求項3】 請求項1又は2において、弁体、弁座、チェックボールが一体構造になっているチェック弁を3組以上一体化したことを特徴とする往復送液装置。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、液体を送液する往復送液装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 液体を送液する送液装置は、液体クロマトグラフでは、チェック弁が使用されている。液体クロマトグラフの往復送液装置において、溶媒の流れを開閉するチェック弁はチェックボール室に弁座と弁座に接するチェックボール1個の組合せで行われている。また、現在の液体クロマトグラフで使用されている送液装置は、液の吸入側や吐出側のチェック弁が、上記構造のもの

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 上記従来の技術は、粘性率約0.4mpas(1mpas=1cp)以上の溶媒を送液した時、粘性率が高いためチェックボールと弁座の組合せで溶媒の流れの開閉が良好に行われるため、圧力リップルは少ない。しかし、約0.4mpas以下の溶媒を送液するとチェック弁が瞬間的には閉まりにくくなり、圧力リップルが大きくなる。ゆえに、流量不足、流量不安定を起こし、クロマトグラムのリテンションタイム、ピーク高さや面積の再現性などに悪影響をおよぼす。すなわち、定性、定量にも悪影響をおよぼす。

【0004】 本発明の目的は、溶媒を送液するとき、溶媒の粘性率に関係なく、圧力リップルが少なく、一定流量で送液できる送液装置を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】 従来の液体を送液する往復送液ポンプは、粘性率約0.4mpas以下の溶媒を送液する時、チェック弁体内で溶媒の流れの開閉を行うが圧力リップルに対して充分な効果が得られなかった。

【0006】 そこで本発明は、上記の問題を解決するため、吸引側と吐出側のチェック弁数を3組以上組み合わせることで圧力リップルが少なくすることにより課題を解決することができる。

【0007】

【作用】 往復送液装置は、送液するとき、吸引ー吐出バターンのモードに従ってプランジャなどが往復運動を

し、それに伴い、吸入弁や吐出弁のチェック弁が開閉されて送液される。この時吸入弁や吐出弁として用いられているチェック弁の溶媒の流れによる開閉時間が溶媒、圧力、流量などによりばらつきが生じ圧力リップルが大きくなり、一定流量が送液できなくなる。この開閉時間のばらつきを最少にするには、吸入側および吐出側のチェック弁数を1組よりは2組、2組よりは3組と数を増やすことにより粘性率の低い溶媒を送液したとき、より効果的となる。

【0008】

【実施例】 以下実施例を図1から図10を用いながら説明する。

【0009】 液体を送液する往復送液装置の実施例を図1で説明する。

【0010】 パルスモータ1により、プーリ2、タイミングベルト3、プーリ4を経由してカム軸5および第1カム6、第2カム7が回転する。これにより第1シリンダ8、第2シリンダ9の内部にある第1プランジャ10、第2プランジャ11が往復運動を行う。第1シリンダ8には、チェック弁が吸入側と吐出側に各2組が付属され一方向に送流する。第1シリンダ8内の第1プランジャ10と第2シリンダ9内の第2プランジャ11は後述するが異なった位相で往復運動をすることにより、1周期内の圧力の変動を小さく抑えている。

【0011】 溶媒14は、位相の異なった第1プランジャ10、第2プランジャ11の往復運動により、吸引側チェック弁12、吐出側チェック弁13が開閉し、圧力センサ15へと送液される。この圧力センサ15の情報は、信号処理回路16を経由して制御回路17に入り、圧力変動を最少にするべくパルスモータ駆動回路18へ駆動パルスを送り、駆動速度を調整する。

【0012】 図2は図3を用いて動作原理を説明する。

【0013】 図2は、吸引および吐出パターンを示し、図3は、第1シリンダ8、第2シリンダ9の往復と吸引側チェック弁12、吐出側チェック弁13の開閉および溶媒の流れ方向をモード1からモード4まで4モードに区分してその動作状態を示している。カム回転角度0°〜120°のモード1区間では、第1プランジャ10が吸引側に移動し始めると吸入側チェック弁12が開閉になり100μl吸引し、第2プランジャ11は吐出側に移動し始めると吐出側チェック弁13は、開閉になり33.3μl吐出する。

【0014】 カム回転角度120°〜240°前半のモード2区間はモード1の第1プランジャ10が吸引した溶媒100μlを大気圧から高圧にするため、倍速により圧縮する区間で第1プランジャ10が吐出側へ移動し始めると吸引側チェック弁12は開閉となり、カム軸5を倍速回転させ溶媒14を大気圧から高圧に圧縮させる。

【0015】 この時第2プランジャ11は吐出状態にあ

り、吐出側チェック弁13は、閉になっているので33.3/2 $\mu$ l 送液するが、前記の倍速回転により、第1プランジャ10と第2プランジャ11は総量で33.3 $\mu$ l 送液する。

【0016】カム回転角度120°~240°後半のモード3区間は溶媒14の圧縮が完了し、吐出する区間で、吸引側チェック弁12と吐出側チェック弁13は開により、第1プランジャ8と第2プランジャ11が吐出側に移動しているので総量で(33.3 $\mu$ l/2)×2=33.3 $\mu$ l 送液している。

【0017】カム回転角度240°~360°のモード4区間では、吸入側チェック弁12は閉にあり、吐出側チェック弁13は、開のままになっている。第1プランジャ10は吐出側へ移動して、83.3 $\mu$ l 吐出し、第2プランジャ11は、吸引側へ移動し、第1プランジャ10で吐出された溶媒14を50 $\mu$ l 吸引し、総量で83.3 $\mu$ l~50 $\mu$ l=33.3 $\mu$ l 送液する。

【0018】図4は図1の第1シリンダ部の詳細図でポンプヘッド21には、吸入弁組22と吐出弁組25が取り付けられる。ポンプヘッド21には、ポンプシール27が奥に入っている。プレート28には、第1プランジャ10の軸受29がストップリング30で抜止めされ、ポンプヘッド21に挿入されている。ここで吸入弁ホルダ23にチェック弁24 2個が挿入された吸入弁組22と吐出弁ホルダ26にチェック弁24 2個が挿入された吐出弁組25が組み合わされて使用される。図5は従来のチェック弁で、弁体35のチェックボール室36には、チェックボール37が1個入っており、それぞれが分解でき弁座38とチェックボール37で溶媒の流れの開閉を行っている。

\*30 〔表1〕

表 1

溶 媒	粘 度 mpas(20℃)	極 性 $\epsilon^{\circ}$ (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )
メタノール	0.60	0.95
n-ヘキサン	0.32	0.01
ペンタン	0.23	0.00

J I S K 0 1 2 4 より抜萃

【0023】その結果は図8~図10に示す(測定条件は、流速500 $\mu$ l/min、負荷4×150mm(OD S)、測定時間60分)。

【0024】図8~図10の圧力リップル分布は、図7により計算した。すなわち減圧リップル部を $\Delta P$ とし、その $\Delta P/2$ を相対圧力Fとして、0~P×1%範囲の圧力リップル数をN<sub>1</sub>、0~P×2%範囲の圧力リップル数をN<sub>2</sub>、0~P×3%範囲の圧力リップル数をN<sub>3</sub>、……とし、測定時間60分間の総圧力リップ

\*【0019】図6は本発明の実施例で、図4と同様にポンプヘッド21に、吸入弁組41と吐出弁組43が取り付けられている。吸入弁ホルダ42にチェック弁24 3個が挿入された吸入弁組41と吐出弁ホルダ44にチェック弁24 3個が挿入された吐出弁組43が組み合わされて使用される。この状態で図3のモード4→モード1に切替わったとき、吸入側チェック弁12は図6においてチェックボール37が実線の位置(弁座38のシール面39にチェックボール37が接している位置)から10 チェックボール37が破線の位置(チェックボール室の最上部40の位置)へ移行し開→閉になる。吐出弁側チェック弁13は、図5のチェックボール室36内でチェックボール37が破線の最上部にあった位置から実線のシール面39に達してチェック弁は開→閉になる。この時の閉じ時間は溶媒の粘性率、圧力、流量により変わる。すなわち閉じ時間が小さければ小さい程良い。

【0020】同じようにモードがモード1→モード2、モード2→モード3、モード3→モード4と変ったとき吸入側チェック弁12や、吐出弁側チェック弁13は上記のように開閉を繰返す。特にいずれのチェック弁においても開→閉になるときに、いかに閉じるまでの時間を小さくするかが重要である。このことが圧力リップルをより小さくする鍵となる。

【0021】従来のチェック弁を用いたチェック弁数各1組およびチェック弁数各2組と本発明のチェック弁数各3組を用いた圧力リップルを表1の一般に使用されるメタノールと、極性および粘度の小さいn-ヘキサンやペンタンについて実験を行った。

【0022】

ル数をNとしてそれぞれの割合を求めた。

【0025】図8~図10の結果からメタノールでは、従来品のチェック弁数各1組の0~P×1%以上の圧力リップル数は86.8%、0~P×2%以上の圧力リップル数は34.4%を示し、チェック弁数各2組のものは、0~P×1%以上の圧力リップル数が74.1%、0~P×2%以上の圧力リップル数は1.2%となりチェック弁数各2組のものの方が圧力リップル数が極めて小さい。また本発明品の実施例では0~P×

1%以上の圧力リップル数は33.3%, 0~P×2%以上の圧力リップル数は0%であり、従来品のチェック弁数2組より、0~P×1%を超える圧力リップル数が大幅に少ないことを示している。さらに、ヘキサンのように粘性率および極性の小さい溶媒でも、その効果は大きく、本実施例では0~P×2%以上の圧力リップル数は従来品のチェック弁数各2組では、24.5%に対し本発明では15.2%とさらにその効果は大きいことを示している(チェック弁数各1組と各2組とでは、0~P×2%以上の圧力リップル数は前者が80.3%, 後者が24.5%とメタノールと同様チェック弁数各2組の方が極めて小さくその効果は大きい。)。またペンタンにおいても、図10に示すように従来品のチェック弁数各2組では0~P×2%以上の圧力リップル数は56.1%に対し、本発明では3.2%と少なくともより効果があることを示している(チェック弁数各1組と各2組とでは0~P×2%以上の圧力リップル数は前者が84.7%, 後者が56.1%と後者の方が極めて小さくその効果も大きい。)。すなわちチェック弁数が各1組よりは、各2組の方が、各2組より各3組の方が圧力リップルの絶対値が小さい方へ集中しているため、溶媒を安定して送液していることを示している。

【0026】その理由として

① 吸入側と吐出側のチェック弁数各1組はチェック弁が各1個のため、チェックボールと弁座の開閉時間のばらつきがそのまま圧力リップルとして表われるが各2組ではチェック弁数が各2個あるため相乗効果でチェックボールと弁座の相互間のばらつきが少なくなり圧力リップル数は各1組より少なくなる。

【0027】② チェック弁数各3組は、上記理由により各2組よりチェックボールと弁座の開閉時間の相互間のばらつきが少なくなり圧力リップル数も少なくなる。

【0028】があげられる。

\*

\*【0029】

【発明の効果】本発明によれば、液体を送液する往復送液装置において、粘性の低い溶媒から粘性の高い溶媒まで広範囲に亘り圧力リップルの小さい、かつ一定流量の送液ができる効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】ポンプの原理図である。

【図2】往復送液装置の吸引・吐出パターンを示す図である。

【図3】往復送液装置の動作原理図である。

【図4】吐出弁組/吐出弁組取付図である。

【図5】従来のチェック弁断面図である。

【図6】本発明の吐出弁組/吐出弁組取付図である。

【図7】圧力リップル分布の計算を示す図である。

【図8】メタノールのリップル分布を示す図である。

【図9】ヘキサンのリップル分布を示す図である。

【図10】ペンタンのリップル分布を示す図である。

【符号の説明】

1…パルスモータ、2…プーリ、3…タイミングベルト、4…プーリ、5…カム軸、6…第1カム、7…第2カム、8…第1シリンダ、9…第2シリンダ、10…第1ブランジャ、11…第2ブランジャ、12…吸引側チェック弁、13…吐出側チェック弁、14…溶媒、15…圧力センサ、16…信号処理回路、17…制御回路、18…パルスモータ駆動回路、21…ポンプヘッド、22…吸入弁組、24…吸入弁ホルダ、25…吐出弁組、26…吐出弁ホルダ、27…ポンプシール、28…プレート、29…軸受、30…ストップリング、35…弁体、36…チェックボール室、37…チェックボール、38…弁座、39…シール面、40…チェックボールの最上部、41…吸引側チェック弁、42…吸入弁ホルダ、43…吐出側チェック弁、44…吐出弁ホルダ。

Fig. 3

【図3】

図 3

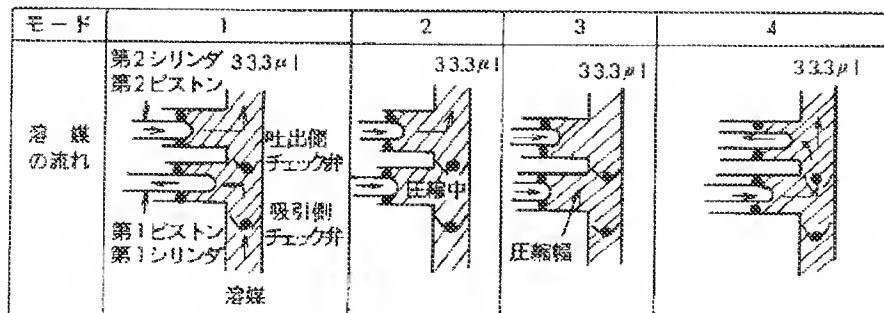


Fig. 1

【図1】

第 1

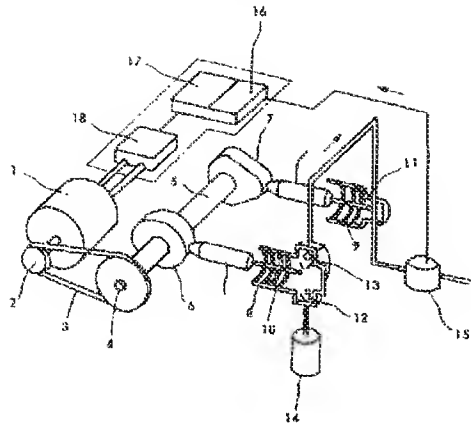


Fig. 4

【図4】

図 4

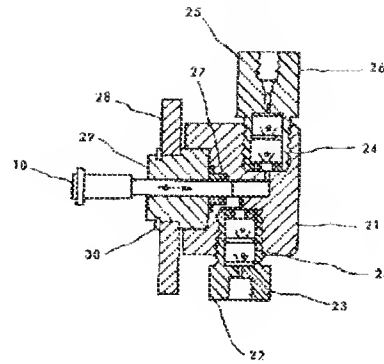


Fig. 5

【図5】

図 5

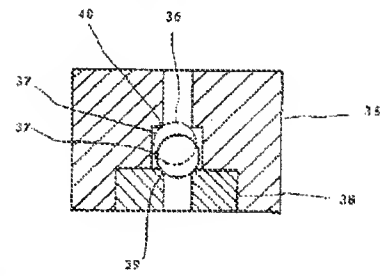


Fig. 2

【図2】

図 2

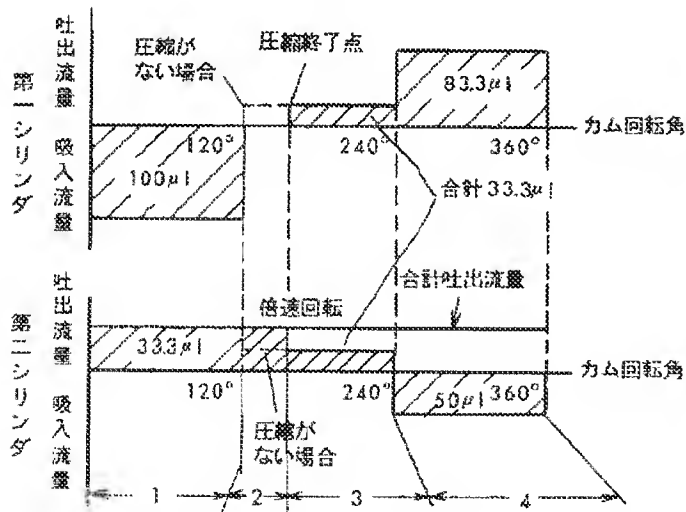


Fig. 6

【図6】

図 6

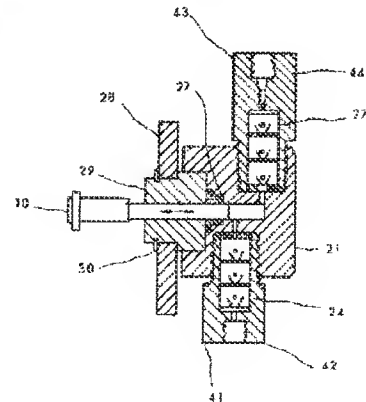


Fig. 7

【図7】

図 7

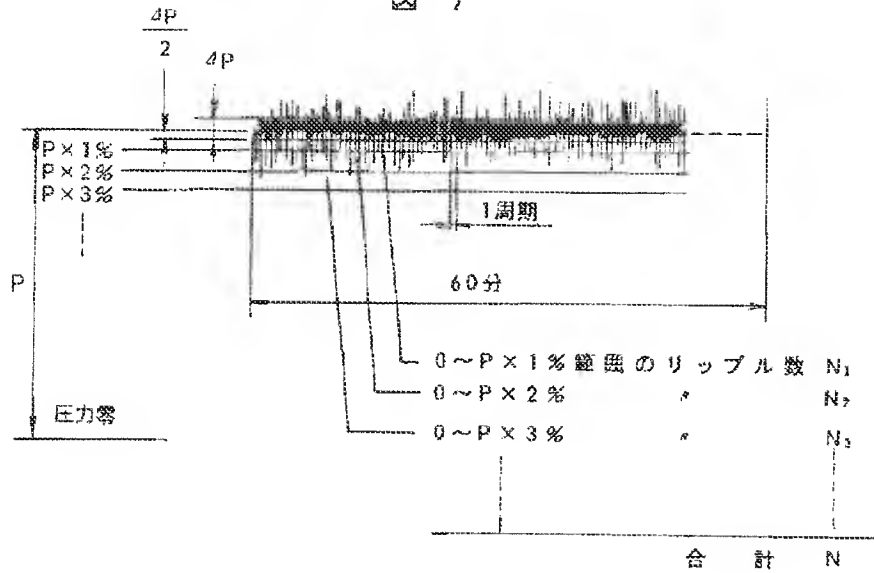


Fig. 8

【図8】

図 8

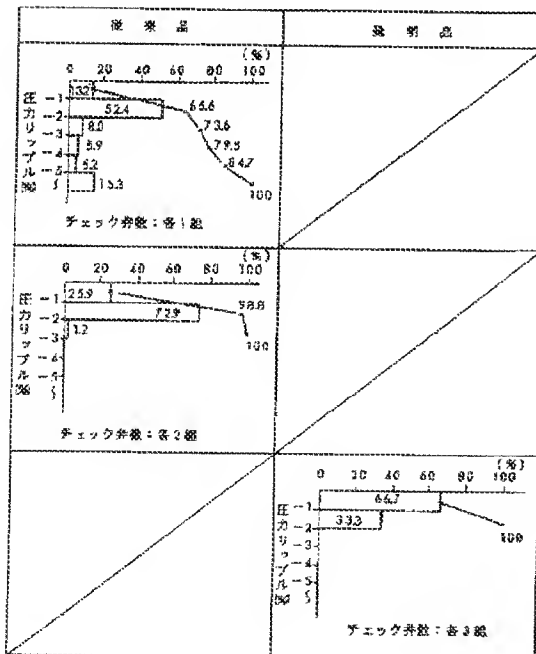


Fig. 9

【図9】

図 9

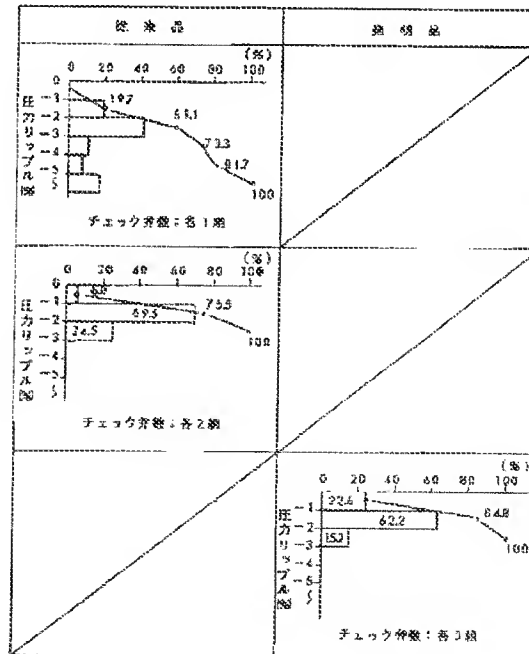




Fig. 10

【図10】

図 10

